



TECHNISCHE
UNIVERSITÄT
DARMSTADT

ULB

Beitrag zur Technik der Mikrotom-Schnitte von Druckprodukten

Scheuter, Karl R.; Hellmuth, Günther
(1980)

DOI (TUprints): <https://doi.org/10.25534/tuprints-00014027>

License:



CC-BY 4.0 International - Creative Commons, Attribution

Publication type: Article

Division: 16 Department of Mechanical Engineering

16 Department of Mechanical Engineering

Original source: <https://tuprints.ulb.tu-darmstadt.de/14027>

D21H1/00

Beitrag zur Technik der Mikrotom-Schnitte von Druckprodukten

Günther Hellmuth und Karl R. Scheuter

✓ Mit Forsch. Gen. Danasch
2/1980

Beitrag zur Technik der Mikrotom-Schnitte von Druckprodukten

Aufsichtsbilder von gedruckten Bildelementen in mikroskopischer Vergrößerung geben über das Liegen der Druckfarbe nur eine beschränkte Auskunft (Abb. 1). Zusätzliche Erkenntnisse können gewonnen werden, wenn das Bildelement mittels eines Interferenzmikroskopes betrachtet wird /1/. Naturgetreue Aussagen bietet jedoch die mikroskopische Betrachtung eines Querschnittes durch das Bildelement. Dabei wird eine zusätzliche Information über das Eindringen von Pigmenten in das Faservlies gewonnen. Herstellung und Präparation des Papierquerschnittes soll nachstehend behandelt werden.

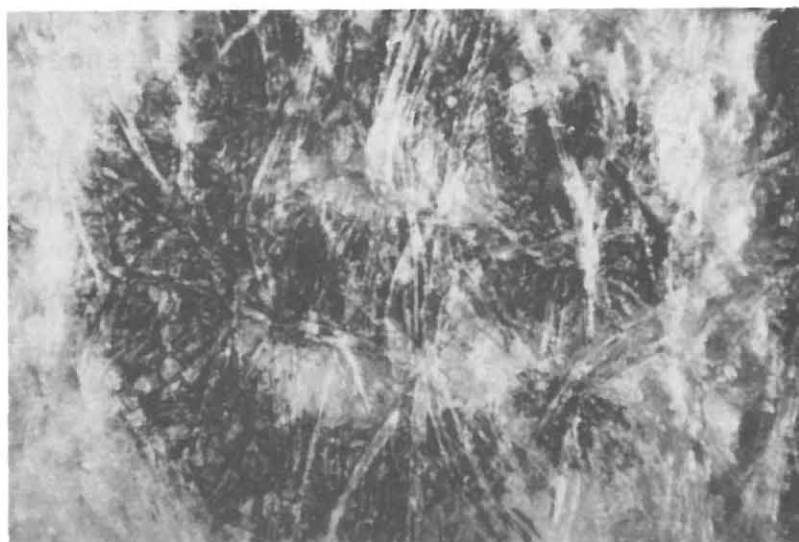


Abb. 1 Offset-Druck auf Zeitungspapier

Vor dem im folgenden dargestellten Verfahren wurden Schnittversuche ohne Einbettung durchgeführt, jedoch ohne den gewünschten Erfolg. Die Papiere konnten nicht dünn und gleichmäßig genug geschnitten werden. Die Fasern wurden teilweise aus dem Faser-

verband herausgerissen und die Farbschichten beschädigt. Schnitte ohne Einbettung lassen weder qualitative noch quantitative Aussagen zu.

Der Papierquerschnitt wird hergestellt, indem eine bedruckte Papierprobe zunächst in eine Einbettmasse eingegossen wird. Als Gießform dient z.B. eine Gelatine kapsel, wie sie in der Pharmazie Anwendung findet. Nach der Polymerisation der Einbettmasse wird der Gießblock in die Objektklemme des Schneidapparates so eingespannt, daß die eingegossene Probe in der gewünschten Dicke quer geschnitten werden kann. Als Schneidapparat wird ein einfaches Grundschlittenmikrotom, z.B. Typ 1300 der Fa. LEITZ mit Stahlmesser, verwandt /2/. Anschließend wird der Schnitt mit dem Einschlußmittel zwischen Objektträger und Deckglas dauerhaft eingeschlossen und kann dann unter dem Mikroskop untersucht werden. Nützlich ist hier ein universelles Mikroskop mit Fotoaufsatz /3/, /4/.

Da diese Arbeiten z.B. in Praktika oder als Kontrolluntersuchungen durchgeführt werden sollen, stellt sich die Frage nach einer möglichst universellen und einfach zu verarbeitenden Einbettmasse und nach einem geeigneten Einschlußmittel /5/, /6/. Bedingt durch die verschiedenen Druckverfahren und deren verschiedene Farbrezepturen müssen bei deren Auswahl die chemischen Wechselwirkungen dieser Stoffe, insbesondere mit der Druckfarbe, beachtet werden. So wird z.B. festgestellt, daß bei der Einbettung eines Zeitungsexemplars (Offsetdruck rot und schwarz) mit einer Einbettmasse auf der Basis von Methacrylsäure beide Farben nicht angelöst werden; dagegen wurde die rote Farbe bei der Einbettung mit einem hydroxylhaltigen Einbettmittel total aufgelöst. Auch ist die Endhärte der Einbettmasse zu berücksichtigen, da diese einen großen Einfluß auf den Schnitt und dessen Weiterverarbeitung hat. Ist der Gießblock zu weich, dann schiebt sich der Schnitt auf dem Messer zusammen und die Papierprobe wird deformiert; weiter besteht die Gefahr einer ungleichmäßigen Schichtdicke. Bei zu großer Härte rollt sich der Schnitt und ist nur sehr schwer zu glätten.

Der Schnitt selbst muß mit großer Sorgfalt hergestellt werden. Um einen guten Schnitt zu erhalten, ist die Auswahl des Messers, die Stellung desselben zur Schnittrichtung (Deklination) und die Neigung zur Blockoberfläche (Inklination) wichtig /2/. Es haben sich Stahlmesser mit einem Keilschliff, Schliffart C, gut bewährt. Diese besitzen einen großen Keilwinkel und sind dadurch genügend stabil, um gute Schnitte von weniger als 10 µm Dicke zu erzielen. Die Deklination beträgt dabei ca. 15°, die Inklination ca. 30°. An dieser Stelle soll auch daran erinnert werden, daß Mikrotommesser durch die Kunststoffeinbettmassen sehr schnell stumpf werden. Ein Nachschleifen ist öfter erforderlich als bei Paraffin- oder Celloidin-Schnitten. Bei unscharfen Messern wird die Schnittoberfläche uneben, wodurch die Schärfentiefe des Mikroskopobjektives leicht überfordert werden kann. Dies kann zu Unschärfen führen /4/. Bei den folgenden Versuchen hat sich eine Schnittdicke von 5-10 µm gut bewährt. Unter diesen Voraussetzungen kann eine ca. 200-fache Vergrößerung zur direkten visuellen Betrachtung und eine 300-fache Vergrößerung bei fotografischer Nachvergrößerung erreicht werden /7/.

Für die Untersuchung der Einbettmassen wurden zunächst die Gießharze Pleximon 808, Pleximon 809 der Fa. RÖHM, Darmstadt, und die Versuchslösungen 161078 und 141178 der Fa. KULZER, Friedrichsdorf, in die Versuche einbezogen. Pleximon ist eine vorbeschleunigte Methacrylatmischung, die Versuchslösungen 161078 und 141178 sind hydroxylgruppenhaltige Verbindungen. Die Einbettmaterialien sind als Zweikomponenten-Gießmassen erhältlich und weisen nach einigen Modifikationen durch die Hersteller gute Schnitteigenschaften auf. Sie sind niedrigviskos und dringen gut in das Papier ein. Bei einigen Pleximon-Schnitten wurden Risse, sog. Artefakte, festgestellt (Abb. 6), die auf Spannungen bzw. Materialschwund bei der Polymerisation schließen lassen.

Versuche mit Polyester-Gießmassen schlugen fehl, da diese zu hochviskos sind und einen großen Schwund aufweisen. Wasserlösliche Einbettmittel scheiden aus, da diese bis zur Aushär-

tung das Papier aufquellen können. Andere Einbettmassen, z.B. Paraffin, Celloidin, Gelantine haben sich als ungünstig herausgestellt.

Die folgenden Versuche wurden unter den gleichen Bedingungen durchgeführt, d.h. nach Mischen des Einbettmediums und Abfüllen in die Gießform wird die im Ofen bei 80°C getrocknete Papierprobe in die Gießmasse eingestellt (Abb. 2) und ca. 5 min. im Exsikkator evakuiert. Danach polymerisiert Pleximon bei Raumtemperatur in 3-4 Std. und die Versuchslösungen der Fa. KULZER bei 50°C in 5 Std. aus. Bei Pleximon ist zu beachten, daß dieses bei hoher Luftfeuchte oder großer Papierrestfeuchte sehr schlecht auspolymerisiert.

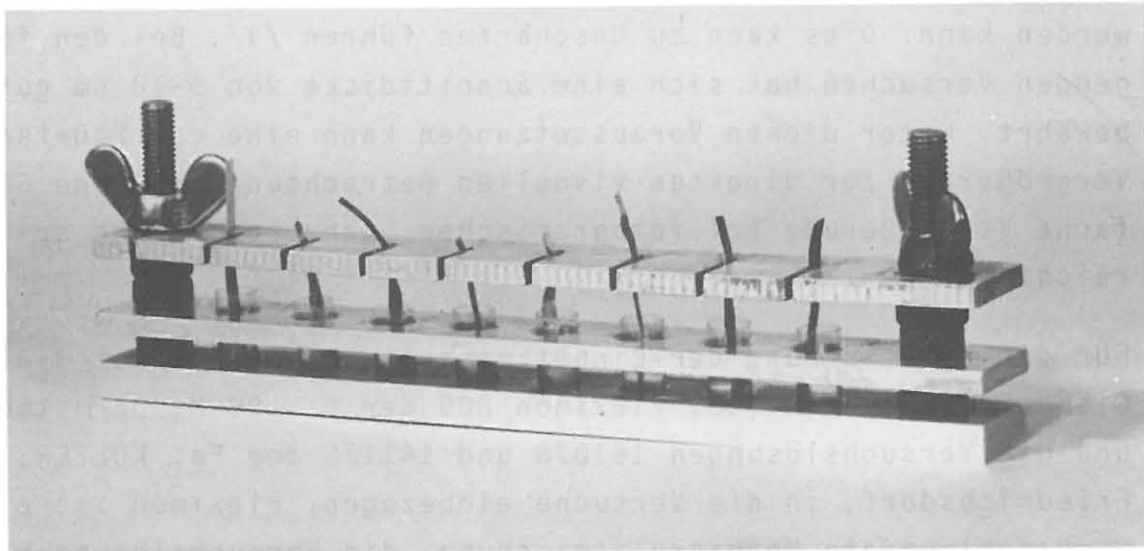


Abb. 2 Gießvorrichtung

Tabelle 1

Probe	Einbettung	Schnitt	Farbverhalten gegenüber 141178	Abb.	Verwendbarkeit der Einbettlösung 141178
Hochdruck auf Zeitungspapier	gut	gut	Ruß-schwarz läuft nicht aus Buntfarbe läuft aus	--	für unbedruckte Papiere geeignet für bedruckte Papier bedingt geeignet
Offsetdruck auf Zeitungspapier	-	-	Farben werden auf- gelöst. Einbett- masse polymerisiert nicht aus	--	ungeeignet
Offsetdruck auf gestrichenem Papier	gut	gut	Farben werden angelöst	3	ungeeignet
Offsetdruck auf maschinen- glattem Papier	gut	gut	Farben werden angelöst	--	ungeeignet
Tiefdruck auf Tiefdruckpapier	gut	gut	Buntfarben werden angelöst	4	ungeeignet
Hochdruck auf Zeitungspapier (Recyclingpapier ohne Deinking)	kritisch, Einbettmasse polymerisiert schlecht aus	-	Farben werden angelöst (Gemisch aus Hochdruck- und Offsetfarbe)	--	ungeeignet

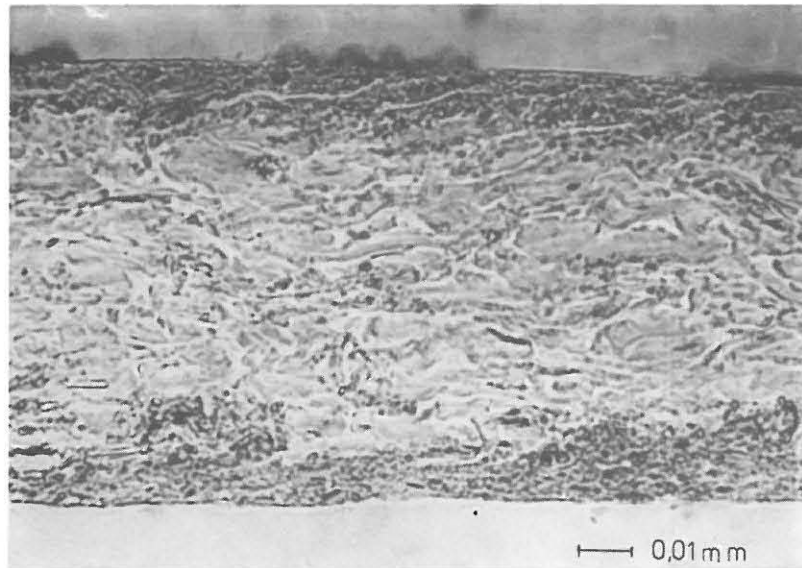


Abb. 3 Offset-Druck auf gestrichenem Papier (Rasterpunkte)
Einbettung in 14 11 78 Fa. Kulzer

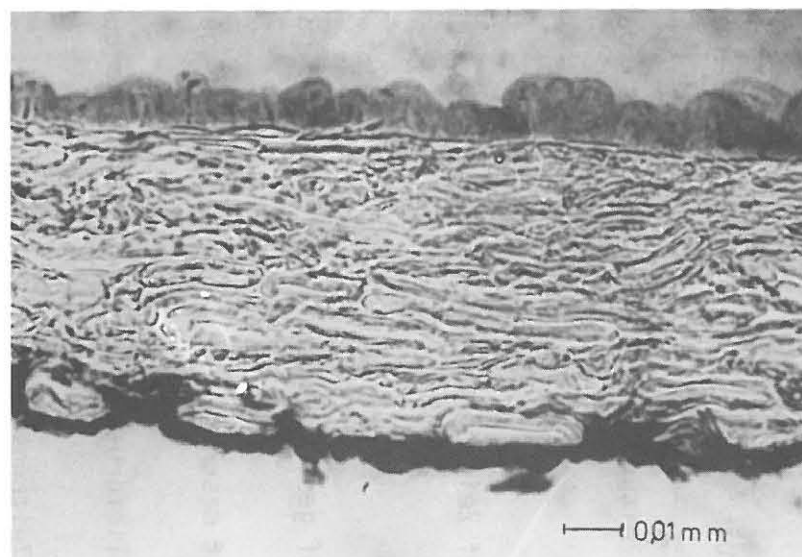


Abb. 4 Tiefdruck auf Tiefdruckpapier
Einbettung in 14 11 78 Fa. Kulzer

Tabelle 2

Probe	Einbettung	Schnitt	Farbverhalten gegen- über Pleximon 809	Abb.	Verwendbarkeit der Einbett- masse Pleximon 809
Hochdruck auf Zeitungspapier	gut	gut	kein Anlösen der Farbe	--	ist geeignet
Offsetdruck auf Zeitungspapier	gut	gut	kein Anlösen der Farbe	--	ist geeignet
Offsetdruck auf gestrichenem Papier	gut	gut	kein Anlösen der Farbe	5	ist geeignet
Offsetdruck auf maschinen- glattem Papier	gut	gut	Farben werden teil- weise angelöst, Artifakt im Pleximon	6	bedingt geeignet
Tiefdruck auf Tiefdruckpapier	gut	gut	Buntfarben werden angelöst	--	für unbedruckte Papier geeignet für bedruckte Papiere bedingt geeignet
Hochdruck auf Zeitungspapier (Recyclingpapier ohne Deinking)	gut	gut	Farben werden nicht angelöst	--	ist geeignet
Siebdruck auf Naturpapier	gut	gut	Farbe wird stark angelöst	--	nicht geeignet

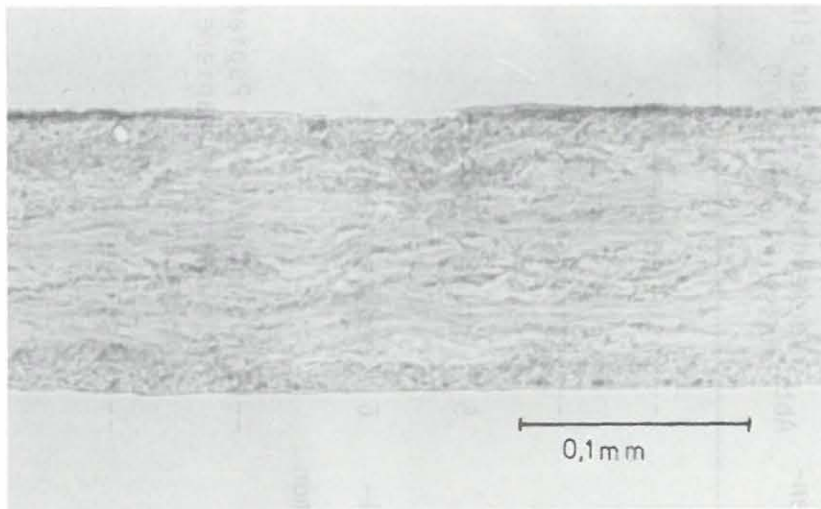


Abb. 5 Offset-Druck auf gestrichenem Papier (Rasterpunkte)
Einbettung in Pleximon 809 Fa. Röhm

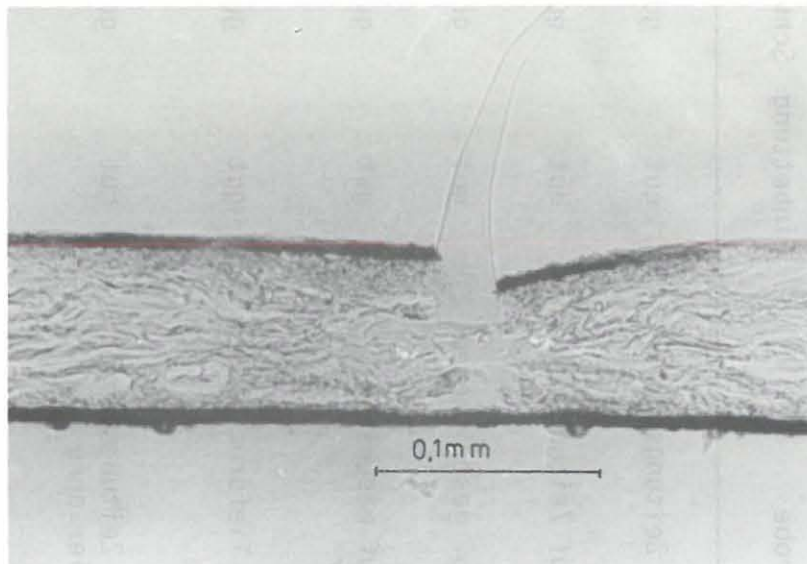


Abb. 6 Offset-Druck auf maschinenglattem Papier (mit Artefakt)
Einbettung in Pleximon 809 Fa. Röhm

Tabelle 1 stellt die mit der Versuchslösung 141178 erzielten Ergebnisse dar. Die Versuchslösung 161078 hat sich als zu weich erwiesen und wurde nicht weiter verarbeitet.

Die Einbettmasse Pleximon 808 der Fa. RÖHM war ebenfalls zu weich. Die in Tabelle 2 dargestellten Versuche wurden mit Pleximon 809 gemacht.

Die Versuche ergaben, daß die Einbettmasse Kulzer 141178 wegen des Ausblutens der Druckfarbe im allgemeinen nicht geeignet ist; Pleximon 809 dagegen ist nur bei bestimmten Druckverfahren verwendbar. Leider konnten Rückschlüsse über die Wechselwirkung Einbettmasse-Druckfarbe nicht gezogen werden, da die betreffenden Druckhersteller nicht willens waren, Angaben über Farbtyp und Hersteller zu machen. Bei Pleximon ist jedoch die Schrumpfung von ca. 8% zu berücksichtigen. Diese führt vereinzelt zu Artifacts in Form von Spannungsrissen (Abb. 6).

Nachfolgende Versuche mit vorbeschleunigten Ein- und Zweikomponenten Epoxyd-Einbettmassen schlugen fehl, da diese zu hohe Anfangsviskositäten aufweisen und dadurch nur ungenügend in die Papierproben eindringen konnten. Wegen der kurzen Aushärtezeit ist es unmöglich, die Proben vor dem Einbetten mit einer mit einem geeigneten Lösungsmittel verdünnten Einbettmasse vorzutränken. Die meist zu große Endhärte kann zudem nicht variiert werden, da diese Materialien nur aus Harz und Härter bestehen.

Weitere Versuche mit Araldit M, einem Vier-Komponenten-Epoxydharz, bestehend aus Harz, Härter, Weichmacher und Beschleuniger, brachten schließlich die besten Ergebnisse, da der Weichmacheranteil variiert werden kann. Damit kann die Endhärte den Gegebenheiten angepaßt werden. Um ein gutes Eindringen des Gießharzes in das Papier, besonders in gestrichenes Papier, zu gewährleisten, muß die Probe zwischen Trocknung und Einbettung mit einem Araldit-Alkoholgemisch unter Vakuum vorgetränkt werden. Durch die Zugabe von wasserfreiem Alkohol zur normalen Aralditmischung M wird die Viskosität ausreichend herabgesetzt.

Tabelle 3

Probe	Einbettung	Schnitt	Farbverhalten gegenüber Araldit	Abb.	Bemerkungen
Hochdruck auf Zeitungspapier	gut	gut	Farben laufen nicht aus	7	geeignet
Offsetdruck auf Zeitungspapier	gut	gut	Farben laufen nicht aus	--	geeignet
Offsetdruck auf gestrichenem Papier	gut	gut	Farben laufen nicht aus	8	Vortränken notwendig
Offsetdruck auf maschinen- glattem Papier	gut	gut	Farben laufen nicht aus	--	geeignet
Tiefdruck auf Tiefdruckpapier	gut	gut	Farben laufen nicht aus	9	Bei einer Probe wurde ein kaum merkliches Anlösen der Buntfarben festgestellt
Offsetdruck auf Landkarten- papier	gut	gut	Farben laufen nicht aus	--	Vortränken notwendig
Siebdruck auf Naturpapier	gut	gut	Farben können auslaufen	--	bedingt geeignet

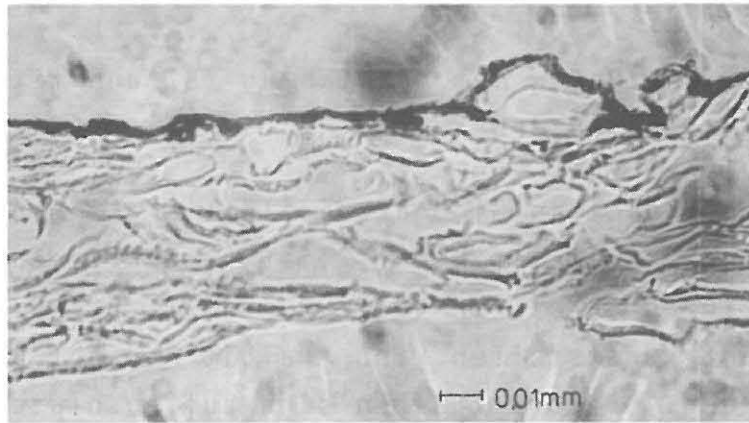


Abb. 7 Hochdruck auf Zeitungspapier
Einbettung in Araldit

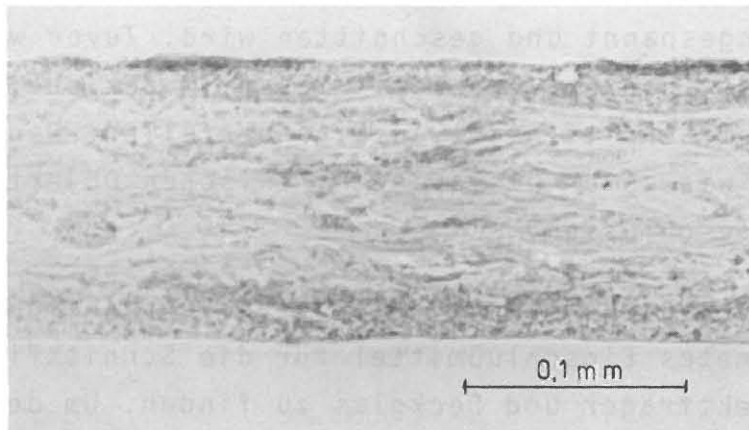


Abb. 8 Offsetdruck auf gestrichenem Papier
Einbettung in Araldit

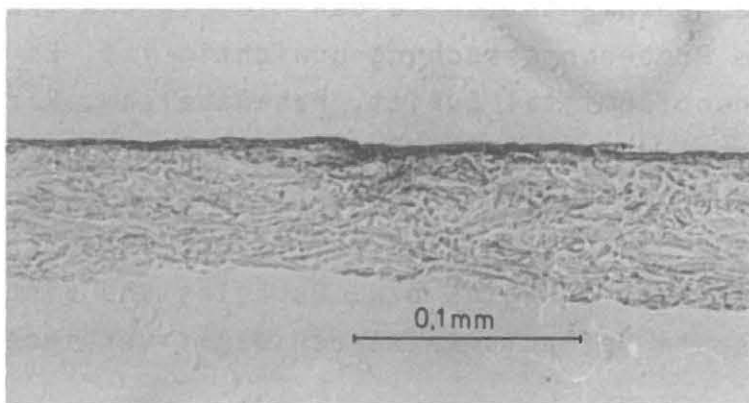


Abb. 9 Tiefdruck auf Tiefdruckpapier
Einbettung in Araldit

Araldit M soll nur unter dem Dunstabzug /8/ und mit Schutzhandschuhen verarbeitet werden.

Tabelle 3 zeigt, daß das Gießharz Araldit M als Einbettmasse im allgemeinen für alle im Hoch-, Tief- und Offsetdruckverfahren erzeugte Drucke auf Papieren verwendbar ist. Bei Siebdrucken und Drucken auf Kunststoffen kann Araldit M nicht ohne weiteres verwendet werden. Siebdruckfarben sind auf Ausbluten sehr empfindlich. Bei Drucken auf Kunststoffen treten Haftungsprobleme auf, die sich beim Schnitt ungünstig auswirken. Hier kommt im allgemeinen der trockene Schnitt nach der Tesafilm-methode in Frage. Die Tesafilm-methode besteht darin, daß die Probe zwischen zwei planen Kunststoffplättchen in den Schneideapparat eingespannt und geschnitten wird. Zuvor werden Kunststoffplättchen und Probe mit Tesafilm beklebt, damit diese nach dem Schnitt nicht auseinanderfallen. Danach wird der Schnitt, wie zuvor beschrieben, zwischen Objektträger und Deckglas eingeschlossen.

Parallel zu den Einbettversuchen wurden Versuche durchgeführt, um ein geeignetes Einschlußmittel für die Schnittfixierung zwischen Objektträger und Deckglas zu finden. Um den Papierschnitt zu erhalten, darf die ausgehärtete Einbettmasse von den Einschlußmitteln weder angelöst noch verformt und die Druckfarbe nicht verändert werden. Auch soll die Einbettmasse bei der späteren Betrachtung unter dem Mikroskop bzw. bei der fotografischen Dokumentation in den Hintergrund treten, da diese für die Probenuntersuchung unwichtig ist. Es wurden dabei die Einschlußmittel Eukitt, Kanadabalsam, Rizinusöl, Polyvinylalkohol und Öle untersucht /9/. Imersionsöl, ein synthetisches Öl mit definierter optischer Brechzahl, hat sich dabei am besten bewährt. Dieses füllt sämtliche Hohlräume zwischen Objekt und Deckglas bzw. Deckglas und Einbettmasse aus. Unerwünschte Reflexionen werden damit verhindert.

Bei der mikroskopischen Untersuchung der Papierproben werden sowohl das Durchlicht- als auch das Auflicht-Dunkelfeldverfahren angewandt /7/.

Die Durchlichtmikroskopie hat den Vorteil einer eindeutigen Schichtdickenbestimmung aller einschichtig aufgetragenen Farben, eines hellen Bildes und der guten Erkennung der Randstrukturen der Papierfasern. Bei übereinanderliegenden Farben ist jedoch eine exakte Bestimmung der einzelnen Schichtdicken nicht immer möglich. Die Durchlichtmikroskopie ist besonders für Schwarz-Weiß-Aufnahmen gut geeignet, da schwarze und bunte Farbschichten im allgemeinen einen ausreichenden Kontrast unter sich ergeben. Die kontraststeigernde Wirkung von passenden Farbfiltern kann für das Hervorheben einer bestimmten Farbe benutzt werden. Die Auflicht-Dunkelfeldmikroskopie erlaubt eine Bestimmung der einzelnen Buntfarbschichten und der Papierfasern. Schwarze Farben jedoch sind im dunklen Umfeld nur sehr schlecht oder nicht zu erkennen /4/ /10/. Für die Farbfotografie sind beide Beleuchtungsverfahren geeignet. Der Durchlichtmikroskopie sollte man speziell bei der Untersuchung von dunklen Farben den Vorrang geben.

Ergebnis:

Die Versuche zeigen, daß ohne allzu großen Aufwand mit vielfach bereits vorhandenen Geräten gute Papierschnitte herzustellen sind. Außerdem können bei der mikroskopischen Betrachtung der geschnittenen Bildelemente mehr Informationen gewonnen werden als bei Aufsichtsbildern.

LITERATUR

- /1/ WAGENBAUER, K., Dissertation, TH Darmstadt 1959
- /2/ WALTER, F., "Das Mikrotom", Firmendruckschrift der Fa. Leitz GmbH, 1961
- /3/ - "Das Mikroskop und seine Anwendung" Firmendruck-schrift der Fa. Leitz GmbH
- /4/ EHRINGHAUS, A., TRAPP, "Das Mikroskop", Verlag Teubner, Stuttgart
- /5/ FENGEL, D., "Elektrooptische Untersuchungen zur Kenntnis des Feinbaues von Nadelholztracheiden unter Anwendung der Dünnschnittechnik", Dissertation, TH Darmstadt 1967
- /6/ EMONS, H., KEUNE, H., "Chemische Mikroskopie", VEB Deutscher Verlag für Grundstoffindustrie, Leipzig
- /7/ HEUNERT, H., "Praxis der Mikrofotografie", Springer Verlag, Heidelberg
- /8/ - Gebrauchsanweisungen der Einbettmassen
- /9/ BURK, H.C., "Histologische Technik", Thieme-Verlag, Stuttgart
- /10/ MARTIN, H., "Mitteilungen für Wissenschaft und Technik", Bd. VI Nr. 5, Firmendruckschrift der Fa. Leitz GmbH.